

**Espacenet****Bibliographic data: JP2061176 (A) — 1990-03-01**

---

**FLAME-RETARDING PROCESS FOR FIBER****Inventor(s):** KUBOTA SHIZUO ±**Applicant(s):** WAKAYAMA PREFECTURE ±

**Classification:** - **international:** *D06M13/02; D06M13/244; D06M13/282; D06M13/288; D06M13/29; D06M13/322; D06M13/402; D06M13/41; D06M14/18; D06M14/26; (IPC1-7): D06M14/26*

- **European:**

**Application number:** JP19880210193 19880824

**Priority number(s):** JP19880210193 19880824

**Also published as:** JP6057911 (B) JP1941091 (C)

**Abstract of JP2061176 (A)**

**PURPOSE:** To obtain a flame-retardant fiber having excellent durable flame-retardance and free from emission of harmful substance by applying acrylamide and a compound having vinyl group and containing phosphorus and/or halogen to a fiber and subjecting the fiber to low-temperature plasma treatment. **CONSTITUTION:** Acrylamide and a compound having vinyl group and containing phosphorus and/or halogen [e.g., bis(2-chloroethyl)vinylsulfonate or its oligomer] are applied to a fiber and the fiber is subjected to low-temperature plasma treatment to form a graft copolymer. The fiber produced by the process is free from generation of formaldehyde and has durable flame-retardance.

Last updated: 14.03.2012 Worldwide Database 5.7.38; 92p

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-61176

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)3月1日

D 06 M 14/26

7438-4L

7438-4L

D 06 M 14/26

審査請求 有 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 繊維の難燃加工法

⑯ 特 願 昭63-210193

⑰ 出 願 昭63(1988)8月24日

⑱ 発 明 者 久保田 静男 和歌山県伊都郡かつらぎ町東浜田567番地

⑲ 出 願 人 和歌山 県 和歌山県和歌山市小松原通1丁目1

⑳ 代 理 人 弁理士 杉本 勝徳 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

繊維の難燃加工法

2. 特許請求の範囲

(1) ビニル基を有しリンおよび/またはハロゲンを含む化合物と、アクリルアミドとを繊維に付与したのち、この繊維を低温プラズマ処理する繊維の難燃加工法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、繊維に難燃性を付与する方法に関するものである。

(従来の技術)

従来から耐久性に優れた難燃繊維を得る方法として、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートおよびそのオリゴマーを繊維に付与し、この繊維に電子線あるいはガンマ線を照射する方法(W.K.Walsh et al., J. Macromol Sci-Chem., A10(4) 695(1976)、M. Shimada et al. A.C.S. Symposium Series No 212 p.237(1983)、特開昭

62-141175 参照)や、ビニルホスホナートオリゴマーおよびN-メチロールアクリルアミドを綿布に付与するとともに、過硫酸カリウム触媒で重合を起こさせる方法(益田 恭, 繊維, 27, 402(1975)、加工技術, 13 274(1978))などがある。

(発明が解決しようとする課題)

上記のような方法のうち、前者の方法は、電子線やガンマ線が人体に悪影響を及ぼすとともに、繊維の強度劣化の原因ともなう問題がある。一方、後者の方法は、N-メチロールアクリルアミドをセルロースに反応させるために、加工後の布から人体に有害なホルムアルデヒドが遊離発生すると言う問題がある。

この発明は、このような事情に鑑みて、処理作業が安全で、しかも、得られた製品から有害物質が発生することがない繊維の難燃加工法を提供することを目的としている。

(課題を解決するための手段)

この発明は、このような目的を達成するために、ビニル基を有しリンおよび/またはハロゲンを

含む化合物と、アクリルアミドとを繊維に付与したのち、この繊維を低温プラズマ処理する繊維の難燃加工法を要旨としている。

#### 〔作用〕

上記構成により、繊維に付与されたビニル基を有しリンおよび／またはハロゲンを含む化合物と、アクリルアミドとが低温プラズマにより繊維に固着し、普通の繊維を耐久性のある難燃繊維に変化させる。

#### 〔実施例〕

以下に、この発明を、その実施例を参照しつつ詳しく説明する。

ビニル基を有しリンおよび／またはハロゲンを含む化合物と、アクリルアミドとが付与された繊維上に低温プラズマ処理法によりプラズマを照射することにより、ラジカルが発生し、このラジカルが開始剤となりグラフト共重合体が形成され繊維に耐久性に富んだ難燃性を付与することができる。

ビニル基を有しリンおよび／またはハロゲンを

繊維でも構わない。

#### 〔実施例1〕

ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーであるホスコン76(明成化学工業の商品名)が25重量%、アクリルアミドが25重量%それぞれ混合されたメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーとアクリルアミドの付着率が88.8%の布を得た。

この布を周波数が13.56MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件でプラズマ処理を4.9分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、LOI(限界酸素指数)を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のLOIをも測定した。

#### 〔実施例2〕

ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートが40重量%、アクリルアミドが20重量%それ

含む化合物としては、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナート、ジエチルビニルホスホナート、ジフェニルビニルホスフィン、トリフェニルビニルホスホニウムブロミド、2,3-ジプロモプロピルアクリレート、2,3-ジプロモプロピルメタクリレートなどが挙げられる。上記化合物は、モノマーでもオリゴマーでも構わない。

低温プラズマ処理において用いる放電ガスは、エッチング作用の大きなガスや難燃性を阻害するガスでなければ、特に限定されないが、たとえば、窒素ガスが挙げられる。

放電ガスとして窒素ガスを用いた場合の処理条件としては、プラズマが発生する条件であれば、特に限定されないが、真空度が1.5 Torr、放電出力が150W程度が好ましい。

処理時間としては、30分以内が好ましい。30分を越えると、逆にエッチングにより繊維を傷めるおそれがある。

この加工法により難燃性が付与できる繊維は、特に限定されない。天然繊維でもよいし、合成繊

それぞれ混合されたメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートとアクリルアミドの付着率が119.7%の布を得た。

この布を周波数が13.56MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件でプラズマ処理を4.3分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、LOI(限界酸素指数)を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のLOIをも測定した。

#### 〔実施例3〕

実施例1と同様のメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーとアクリルアミドの付着率が88.6%の布を得た。

この布を周波数が20MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件でプラズマ処理を8.4分間行った。処理後、65℃

の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。  
この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のL O Iをも測定した。

(実施例4)

実施例2と同様のメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートとアクリルアミドの付着率が82.3%の布を得た。

この布を周波数が20 KHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件下でプラズマ処理を5.4分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のL O Iをも測定した。

(実施例5)

実施例1と同様のメタノール溶液にポリエステル

ンでプラズマ処理を3.5分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のL O Iをも測定した。

(比較例1)

ホスコン76が50重量%混合されたメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーの付着率が87.9%の布を得た。

この布を周波数が13.56 MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件下でプラズマ処理を19.2分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

(比較例2)

ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートが50重量%混合されたメタノール溶液に綿サテ

ル/綿(65/35)ブロードを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーとアクリルアミドの付着率が71.2%の布を得た。

この布を周波数が13.56 MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が2.0 Torr、放電出力が150Wの条件下でプラズマ処理を5.7分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

さらに、この加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のL O Iをも測定した。

(実施例6)

実施例1と同様のメタノール溶液にポリエステルフタを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーとアクリルアミドの付着率が53.3%の布を得た。

この布を周波数が13.56 MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が2.0 Torr、放電出力が150Wの条

件でプラズマ処理を3.5分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

この布を周波数が13.56 MHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件下でプラズマ処理を4.8分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素指数) を測定した。

(比較例3)

ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーが50重量%混合されたメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートのオリゴマーの付着率が94.4%の布を得た。

この布を周波数が20 KHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件下でプラズマ処理を6.5分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、L O I (限界酸素

素指数)を測定した。

(比較例4)

ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートが50重量%混合されたメタノール溶液に綿サテンを浸漬したのち、乾燥して、ビス(2-クロロエチル)ビニルホスホナートの付着率が83.9%の布を得た。

この布を周波数が20KHz、放電ガスが窒素ガス、真空度が1.5 Torr、放電出力が150Wの条件でプラズマ処理を8.5分間行った。処理後、65℃の条件下で5分間湯洗いを行って加工布を得た。この加工布の難燃化剤の付着率、LOI(限界酸素指数)を測定した。

上記実施例1～6および比較例1～4の加工布の難燃化剤の付着率、LOIおよび加工布の5回中温(60℃)ワッシャー法による洗濯後のLOIの測定結果を第1表に示す。

第1表

	付着率(%)			LOI		
	プラズマ処理前	湯洗後	洗濯後	洗濯後	原	布
実施例1	88.8	30.5	32.0	30.7	18.1	18.1
実施例2	119.7	17.0	24.6	24.1	18.1	18.1
実施例3	88.6	50.6	38.2	36.8	18.1	18.1
実施例4	82.3	20.5	26.3	25.9	18.1	18.1
実施例5	71.2	14.2	26.3	26.3	18.0	18.0
実施例6	53.3	17.1	25.4	25.4	19.7	19.7
比較例1	87.9	3.6	22.8	21.1	18.1	18.1
比較例2	77.0	18.4	23.7	21.9	18.1	18.1
比較例3	94.4	0.5	21.1	21.1	18.1	18.1
比較例4	83.9	21.9	22.8	22.8	18.1	18.1

第1表にみるように、この発明にかかる難燃加工法による実施例1～6で得られた布は、全て、すぐれた難燃性を洗濯後も持続させることができた。

(発明の効果)

この発明にかかる繊維の難燃加工法は、以上のように、ビニル基を有しリンおよび/またはハロゲンを含む化合物と、アクリルアミドとを繊維に付与したのち、この繊維を低温プラズマ処理するようになっているので、優れた難燃性をいつまでも示す難燃繊維を得ることができる。しかも、従来のように、電子線やガンマ線を用いることがないので、作業が非常に安全であり、繊維の強度低下も起こらない。また、使用中にホルムアルデヒドを遊離発生させることがないため、使用者に無害な難燃性繊維を得ることができる。

特許出願人

和歌山県

代理人 弁理士

杉本 勝徳

同 弁理士

杉本 隆

